

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-22502

⑮ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)1月30日

A 01 N 25/12
25/30

7215-4H
7215-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑬ 発明の名称 粒状農薬の製造方法

⑯ 特 願 昭61-165301

⑰ 出 願 昭61(1986)7月14日

⑱ 発 明 者 岩 崎 徹 治 和歌山県和歌山市雑賀崎1247

⑲ 発 明 者 後 藤 卓 雄 和歌山県和歌山市六十谷1303-8

⑳ 発 明 者 松 本 忠 雄 大阪府泉南郡阪南町箱之浦2604-130

㉑ 出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

㉒ 代 理 人 弁 理 士 古 谷 馨

明 細 書

1. 発明の名称

粒状農薬の製造方法

2. 特許請求の範囲

(a) 農薬と、

(b) 4級アンモニウム塩系陽イオン性界面活性剤(b-1)、ベタイン系、アミノ有機酸系、アミノオキサイド系又はイミダゾリン系両イオン性界面活性剤(b-2) からなる群から選ばれた1種又は2種以上の界面活性剤とを、

(a) : (b) の割合(重量比)が1 : 0.5 ~ 1 : 20となる範囲で含有する農薬濃厚水溶液又は水性スラリーを、噴霧ノズル口径0.5 ~ 4.0mm、噴霧圧力5 ~ 250 kg/cm²(加圧ノズル)、熱風入口温度150 ~ 300℃、排風温度60 ~ 120℃の条件下に向流噴霧乾燥を行うことを特徴とする粒状農薬の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は粒状農薬の製造方法に関し、更に詳

しくは生物効力増強剤を含有してなる粒状農薬の製造方法に関する。

(従来の技術およびその問題点)

殺虫剤、殺菌剤、除草剤、殺ダニ剤、植物生長調節剤をはじめとする農薬は、乳剤、水和剤、フロアブル剤、粒剤、水溶液などの剤型にて使用されている。中でも、水和剤及び水溶液が製品の貯蔵面、コスト面、環境汚染面及び作物に対する薬害発生面で有利な剤型である。

他方、農薬の活性を十分にひきだすために、各種界面活性剤からなる生物効力増強剤の配合が検討されている。今日、農薬の開発が一層困難な状況であるため、特に既存農薬の活性を一層増強させることは大いに意味のあることである。

ところが、各種界面活性剤からなる生物効力増強剤を配合した農薬水和剤又は水溶液を製造する場合、従来の造粒機による方法あるいは併流噴霧乾燥法では満足なものが得られない。即ち、造粒時における起泡、あるいは製造品の粘

着性、噴霧乾燥品の崩壊性不良、溶解性不良、水和性不良、更には発塵といった問題があることが判明した。

(問題点を解決するための手段)

そこで、本発明者らは上記問題点を解決すべく鋭意研究した結果、各種界面活性剤からなる生物効力増強剤を含有する農薬濃厚水溶液あるいは水性スラリーを、特定の条件下に向流噴霧乾燥することにより上記目的が達成されることを見出し本発明を完成した。

即ち本発明は、

- (a) 農薬と、
- (b) 4級アンモニウム塩系陽イオン性界面活性剤(b-1)、ベタイン系、アミノ有機酸系、アミノオキサイド系又はイミダゾリン系両イオン性界面活性剤(b-2) からなる群から選ばれた1種又は2種以上の界面活性剤とを、
- (c) (a)の割合(重量比)が1:0.5~1:20となる範囲で含有する農薬濃厚水溶液又は水性スラリーを、噴霧ノズル口径0.5~4.0mm、噴霧

圧力5~250 kg/cm²(加圧ノズル)、熱風入口温度150~300℃、排風温度60~120℃の条件下に向流噴霧乾燥を行うことを特徴とする粒状農薬の製造方法を提供するものである。

本発明に用いられる(b-1)成分の4級アンモニウム塩系陽イオン性界面活性剤の例としては、下記のものが挙げられる。

- ・アルキル又はアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)トリメチルアンモニウムクロライド
- ・ジアルキル又はアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)ジメチルアンモニウムクロライド
- ・ジアルキル又はジアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)ジボリオキシアリレンアンモニウムブロマイド
- ・N-アルキル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)アミノエチル-N,N-ジメチル-N-ヒドロキシエチルアンモニウムクロライド

- ・アルキル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)ジメチルベンジルアンモニウムクロライド
 - ・アルキロイル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)プロピル-N,N-ジメチル-N-ベンジルアンモニウムクロライド
- 又、(b-2)成分の両イオン性界面活性剤の例としては下記のものがある。

- (1) ベタイン系両イオン性界面活性剤として例えば次のものが挙げられる。
- ・アルキル又はアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)ジメチルベタイン
- ・N-アルキロイド(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)アミノエチル-N-ヒドロキシエチル-N,N-ジカルボキシメチルアンモニウムベタイン
- ・N-アルキロイド(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)アミノエチル-N,N-ジメチル-N-スルホエチルアンモニウムベタイン

- ・N,N,N-トリアルキル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)-N-スルホエチルボリオキシエチレンアンモニウムベタイン
- (2) アミノ有機酸系両イオン性界面活性剤として例えば次のものが挙げられる。

- ・N-β-ヒドロキシアリル又はアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)イミノ-N,N-ビスエトキシ酢酸及びその塩
- ・N-β-ヒドロキシアリル又はアルケニル(炭素数6~22:直鎖及び分枝型を含む)グリシン塩
- ・N-β-ヒドロキシアリル又はアルケニル(炭素数6~22:直鎖及び分枝型を含む)イミノジ酢酸塩
- ・N-アルキル又はアルケニル(炭素数6~22:直鎖及び分枝型を含む)-N,N-ジボリオキシアリレンジ硫酸エステル塩

- (3) アミノオキサイド系両イオン性界面活性剤として例えば次のものが挙げられる。

- ・アルキル又はアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)ジメチルアミノオキサイド
 - ・アルキル又はアルケニル(炭素数8~22:直鎖及び分枝型を含む)ジエチレンオキシドアミノオキサイド
- 4) イミダゾリン系両イオン性界面活性剤として例えば次のものが挙げられる。
- ・2-アルキル又はアルケニル(炭素数8~18:直鎖及び分枝型を含む)-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチル-イミダゾリニウムベタイン
 - ・2-アルキル又はアルケニル(炭素数6~22:直鎖及び分枝型を含む)イミダゾリルポリオキシエチレンスルホン酸及びその塩
- 又、陽イオン性界面活性剤(b-1)と両イオン性界面活性剤(b-2)を併用すると農薬の生物効力が一層増強される。併用割合は(b-1)/(b-2)(重量比)が1/0.2 ~ 0.2/1の範囲が好ましい。

ル-4-メチルメルカプトフェニルチオホスフェート)、カーバメート系殺虫剤としては、バツサ(0-ブチルフェニルメチルカーバメート)、MTMC(m-トリルメチルカーバメート)、メオパール(3,4-ジメチルフェニル-N-メチルカーバメート)、NAC(1-ナフチル-N-メチルカーバメート)、他にメソミル(メチル-N-(メチルカルバモイル)オキシ)チオアセトイミド)、カルタップ(1,3-ビス(カルバモイルチオ)-2-(N,N-ジメチルアミノ)プロパンハイドロクロライド)などが挙げられる。

例えば、殺ダニ剤の場合、スミイト(2-(2-(p-tert-ブチルフェノキシ)イソプロポキシ)イソプロピル-2-クロロエチルサルファイド)、アクリシッド(2,4-ジニトロ-6-セカンダリ-ブチルフェニルジメチルアクリレート)、クロルマイト(イソプロピル-4,4-ジクロルベンジレート)、アカール(エチル-4,4-ジクロルベンジレート)、ケルセン(1,1-ビス

又、本発明に係る農薬としては、次に示すものがある。

例えば殺虫剤の場合、ピレスロイド系殺虫剤としてはフェンバレート(α -シアノ-3-フェノキシベンジル-2-(4-クロロフェニル)-3-メチルバレート)、バيسロイド(シアノ(4-フルオロ-3-フェノキシフェニルメチル)-3-(2,2-ジクロロエチニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート)、有機リン系殺虫剤としてはDDVP(2,2-ジクロルビニルジメチルホスフェート)、スミチオン(ジメチル-4-ニトロ-m-トリル-ホスホロチオネート)、マラソン(S-(1,2-ビス(エトキシカルボニル)エチル)ジメチルホスホロチオールチオネート)、ジメトエート(ジメチル-S-(N-メチルカルバモイルメチル)ホスホロチオールチオネート)、エルサン(S-(α -(エトキシカルボニル)ベンジル)ジメチルホスホロチオールチオネート)、バイジット(0,0-ジメチル-0-(3-メチ

(p-クロルフェニル)-2,2,2-トリクロルエタノール)、シトラゾン(エチル-0-ベンゾイル-3-クロル-2,6-ジメトキシベンゾハイドロキシメイト)、アリクトラン(トリシクロヘキシルチンハイドロオキサイド)、オマイト(2-(p-tert-ブチルフェノキシ)-シクロヘキシル-2-プロピニルスルファイト)などが挙げられる。

例えば殺菌剤の場合、有機イオウ系殺菌剤としては、ダイセン(亜鉛エチレンビスジチオカーバメート)、マンネブ(マンガンエチレンビスジチオカーバメート)、チウラム(ビス(ジメチルチオカルバモイル)ジスルファイド)、他にベツレート(メチル-1-(ブチルカルバモイル)-2-ベンズイミダゾールカーバメート)、ダイホルタン(N-テトラクロルエチルチオ-4-シクロヘキサン-1,2-ジカルボキシイミド)、ダコニール(テトラクロルイソフクロニトリル)、バンソイル(5-エトキシ-3-トリクロルメチル-1,2,4-チアジアゾ

ール)、チオファネートメチル(1,2-ビス(3-メトキシカルボニル-2-チオウレイド)ベンゼン)、ラブサイド(4,5,6,7-テトラクロルフタロイド)、キタジnP(0,0-ジイソプロピル-S-ベンジルホスホチオエート)、ヒノザン(0-エチル-S,S-ジフェニルジチオホスフェート)、プロベナゾール(3-アリロキシ-1,2-ベンゾチアゾール-1,1-ジオキサイド)などが挙げられる。

例えば除草剤の場合、スタム(3,4-ジクロロプロピオンアニリド)、サターン(S-(4-クロロベンジル)-N,N-ジエチルチオールカーバメート)、ラッソー(2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メトキシメチル)アセトアニリド)、DCMU(3-(3,4-ジクロロフェニル)-1,1-ジメチルウレア)、グラモキシオン(1,1'-ジメチル-4,4'-ジビリジウムジクロライド)などが挙げられる。

例えば植物生長調節剤の場合、MH(マレイン酸ヒドラジッド)、エスレル(2-クロロエチ

ルホスホン酸)などが挙げられる。

(ii) 農薬と(ii)陽イオン性界面活性剤及び/又は両イオン性界面活性剤を含有する濃厚水溶液又は水性スラリーの濃度は通常10~80重量%、好ましくは30~70重量%である。

粒状農薬が水和剤の場合、植物質粉末を製品に対し60重量%以下、好ましくは2~50重量%配合することができる。

植物質粉末として使用できるものの例を挙げると、これらはいずれも300メッシュ以下のものが好ましく、本発明の目的とする粒体の一部に凹部を有する粒状物を容易に製造することができる。植物質粉末として具体的にはロウ石、タルク、カオリン、炭酸カルシウム、ベントナイト、珪石粉、石灰石粉末、酸性白土、珪藻土類粉末、石こう、軽石粉末、貝殻粉、雲母粉末、コロイド性含水珪酸ソーダなどがある。

粒状農薬が水和剤の場合、上記濃厚水性スラリーに分散剤を添加することができる。その量は製品に対し50重量%以下、好ましくは4~40

重量%である。

分散剤としては下記(i)~(iii)の分散剤が挙げられる。

(i) 不飽和カルボン酸及びその誘導体からなる単量体群から選ばれる1種又は2種以上を必須構成成分とする水溶性または水分散性重合体。

この重合体の製造に用いられる単量体としては、アクリル酸、メタクリル酸などの不飽和モノカルボン酸、マレイン酸などの不飽和ジカルボン酸、これらの誘導体、例えば上記の酸のアルキルエステル(メチルエステルなど)、アルカリ金属塩(ソーダ塩など)、アンモニウム塩及び有機アミン塩(トリエタノールアミン塩など)、これらの混合物がある。これらの単量体の他に共重合成分として酢酸ビニル、イソブチレン、ジイソブチレン、スチレンのような共重合可能な単量体を加えることもできる。

これらの単量体を重合させる方法は従来か

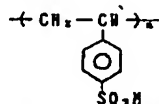
ら公知の方法で行われる。単量体成分の割合及び重合体の重合度は特に制約はないが、重合体は少なくとも水溶性または水分散性であることが必要である。

具体的な例としてはアクリル酸重合体、メタクリル酸重合体、アクリル酸とメタクリル酸との共重合体、アクリル酸とアクリル酸メチルエステルとの共重合体、アクリル酸と酢酸ビニルとの共重合体、アクリル酸とマレイン酸との共重合体、マレイン酸とイソブチレンとの共重合体、マレイン酸とスチレンとの共重合体など、及びこれらとアルカリ金属、アンモニア及び有機アミンとの塩が挙げられる。これらの重合体を2種以上用いることもできる。

(ii) スチレンスルホン酸塩を必須構成単量体とする水溶性又は水分散性重合体。

スチレンスルホン酸塩の単独重合体はスチレンスルホン酸塩を重合するか、或いはポリスチレンをスルホン化することにより容易に

製造することができる。スチレンスルホン酸塩の重合体は次の式で表される骨格を有するものである。



この重合体の分子量は1000以上、好ましくは10000～300万である。MはLi、Na、K等のアルカリ金属塩類又はNH₄、アルキルアミン、アルカノールアミン等を意味する。

また、スチレンスルホン酸塩と他の単量体との共重合体はスチレンスルホン酸塩と他の単量体を共重合するか或いはスチレンと他の単量体との共重合体をスルホン化することにより容易に製造することができる。共重合の相手の単量体としてはアルキルアクリレート、アルキルメタクリレート、ビニルアルキルエーテル、酢酸ビニル、エチレン、プロピレン、ブチレン、ブタジエン、ジイソブチレン、塩化ビニル、塩化ビニリデン、アクリルニトリ

ル、スチレン等の疎水性単量体、及びアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、ビニルアルコール、アクリルアミド、メタクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、N-ビニルピロリドン、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、メタアリルスルホン酸等の親水性単量体等が用いられる。好ましい共重合体としては、(メタ)アクリル酸-スチレンスルホン酸共重合体塩が挙げられる。共重合体中の(メタ)アクリル酸とスチレンスルホン酸のモル比は1/10～10/1、好ましくは1/3～7/1である。また、平均分子量は1000～100万、好ましくは1万～70万である。当該共重合体の塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩、ジエタノールアミン塩、トリエタノールアミン塩、モノイソプロパノールアミン塩、ジイソプロパノールアミン塩、トリイソプロパノールアミン塩、2-アミノ-2-メチルプロパン-1,3-ジ

オール塩などが挙げられる。また、性能を阻害しない程度に未中和部分を残しておいて差し支えない。

- (3) 置換基として炭化水素基を有することもある芳香族化合物のスルホン化物のホルマリン縮合物又はその塩。

具体的には石油スルホン酸誘導体、リグニンスルホン酸誘導体、ナフタレンスルホン酸誘導体、アルキルベンゼンスルホン酸誘導体等のホルマリン縮合物である。

これらのホルマリン縮合物は、例えばナフタレン、アルキル置換ベンゼン、アルキル置換ナフタレン、アンスラセン、アルキル置換アンスラセン、リグニン、石油残渣中の芳香環を有するものなどを、一般の方法により、スルホン化し、引き続き造塩反応、更にホルマリン縮合することにより得られる。この場合、縮合度は、好ましくは2～30、更に好ましくは3～10である。ここで、縮合度が2未満の場合は、縮合による効果が少なく、又、30

を越えると、高分子量化するため、溶解性などの点により、実用上問題を生ずる。

使用する芳香族化合物としては、各種のものが使用可能であるが、好ましくは、リグニン、キシレン、トルエン、ナフタレン又は、炭素数1～6のアルキルナフタレンを使用すれば良く、勿論、これらの混合物でもよい。

塩としては、ナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属、カルシウムなどのアルカリ土類金属をはじめ、アミン、アンモニウム塩なども使用される。

本発明において、噴霧乾燥を向流式で行うことが最も重要であり、噴霧ノズル口径、噴霧圧力、熱風入口温度、排風温度の条件も重要である。

噴霧ノズル口径は0.5～4.0mm、好ましくは0.6～3.8mm、噴霧圧力は5～250 kg/cm²、好ましくは5～180 kg/cm²、熱風入口温度は150～300℃、好ましくは170～280℃、排風温度は60～120℃、好ましくは70～110℃である。

また、本発明の実施にあたって、農薬の生物効力を更に増強させる目的でポリオキシアルキレン系非イオン性界面活性剤の1種又は2種以上を配合することもできる。この場合、ポリオキシアルキレン系非イオン性界面活性剤(c)の配合割合は農薬(a)に対し(b):(c)の重量比で1:0.1~1:20の範囲が好ましく、特に1:0.5~1:10の範囲が好ましい。

本発明を更に具体的に作用効果を含めて説明すれば下記の通りである。

即ち、加熱された気体の供給入口を塔室の下部に有し、塔室から出る気体の出口を塔室の上部又は頂部に有し、塔室内へ流体を噴霧するための口径0.5~4.0 mmの噴霧ノズルを塔室の頂部又は上部に有する塔室内へ、前記の供給入口から加熱された気体を塔室に逆入して塔室内で加熱気体の上昇流を作り、前記の出口から気体を抜き出し、塔室に設けた前記の噴霧ノズルを通して、農薬(a)と、界面活性剤(b)と、必要により製造すべき農薬製剤の種類に応じて任意に添

加されるポリオキシアルキレン系非イオン性界面活性剤(c)とを含有して、且つ農薬(a)と界面活性剤(b)との割合(重量比)が1:0.5~1:20の範囲である農薬濃厚水溶液又は水性スラリーを、ノズルの入口圧力5~250 kg/cm²の圧力下に塔室内に下向きに噴霧し、多数の微細な液滴を作り、この液滴が加熱気体の上昇流中をゆっくりと落下するようにさせ、しかも前記の微細な液滴を上記の加熱気体で加熱し、一部水を蒸発し表面が乾燥した収縮液滴を形成したのち、更に加熱蒸発により略中空の最初の液滴より大きい乾燥された粒状物を形成させ、落下した粒状物を塔室の底部に設けた取出し口から取り出し、更に供給入口で測定された加熱気体の入口温度が150~300℃であるとし、且つ塔室から抜き出される気体の出口温度が60~120℃になるように供給入口からの加熱気体の供給速度及び液体噴霧速度を調節することを特徴とするものである。

本発明においては、気体としては空気や窒素、

炭酸ガス等の不活性ガスを用いることができる。また、燃焼ガスを用いることもできる。

(発明の効果)

本発明の製造方法により得られる粒状農薬は、流動性が良好で、貯蔵安定性がよく、水和性、崩壊性に優れる。

(実施例)

以下、調製例、実施例及び試験例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。

スラリーの調製例1

3-(3,4-ジクロロフェニル)-1,1-ジメチルウレア	40 重量部
ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド	30 重量部
リグニンスルホン酸ナトリウム	0.5重量部
クレ-	29.5重量部

を水100重量部に混合溶解/分散させ、均一スラリーを調製した。

スラリーの調製例2

1,1'-ジメチル-4,4'-ジピリジウムジクロライド	30重量部
-----------------------------	-------

ジデシルジポリオキシエチレン (2モル) アンモニウムクロライド	30重量部
芒硝	40重量部

を水70重量部に溶解させたスラリーを調製した。

スラリーの調製例3

2-クロロエチルホスホン酸	20重量部
ラウリルジメチルベンジル アンモニウムクロライド	20重量部
ラウリルジメチルベタイン	20重量部
芒硝	40重量部

を水50重量部に溶解させたスラリーを調製した。

スラリーの調製例4

亜鉛エチレンビス ジチオカーバメート	50重量部
ラウリルジメチル アミノキシライド	25重量部
スチレンスルホン酸 ナトリウムの重合体(MW 2万)	1重量部
ベントナイト	24重量部

を水70重量部に溶解させたスラリーを調製した。

スラリーの調製例5

ジメチル-4-ニトロ- o-トリルホスホノチオエート	30 重量部
-------------------------------	--------

ジステアリルジメチル アンモニウムクロライド	15 重量部
N-β-ヒドロキシステアリル イミノジ酢酸ナトリウム	15 重量部
スチレンスルホン酸ナトリウムと スチレンの共重合体 (1/1 MW 3 万)	0.5 重量部
クレ-	39.5 重量部

を水120 重量部に溶解させたスラリーを調製した。

スラリーの調製例 6

テトラクロロイソフタロニトリル	30 重量部
2-ラウリル-N-カルボキシメチル -N-ヒドロキシエチルイミダゾリ ニウムベタイン	20 重量部
ブチルナフタレン スルホン酸ナトリウム	0.5 重量部
クレ-	49.5 重量部

を水100 重量部に溶解させたスラリーを調製した。

スラリーの調製例 7

α, α, α-トリフルオロ -2,6-ジニトロ-N,N-ジブ ロビル-p-トルイジン	30 重量部
N-β-ヒドロキシラウリル グリシンナトリウム	25 重量部

燐格を用いて、噴霧圧力10kg/cm²、噴霧ノズル口径1.6mm、熱風入口温度200℃、排風温度80℃の条件にて向流噴霧乾燥を行った。

実施例 2

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、噴霧圧力100kg/cm²、噴霧ノズル口径2.8mm、熱風入口温度280℃、排風温度120℃の条件にて向流噴霧乾燥を行った。

比較例 1

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、噴霧圧力100kg/cm²、噴霧ノズル口径0.2mm、熱風入口温度140℃、排風温度50℃の条件にて向流噴霧乾燥を行った。

比較例 2

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、噴霧圧力10kg/cm²、噴霧ノズル口径4.2mm、熱風入口温度280℃、排風温度150℃の条件にて向流噴霧乾燥を行った。

<噴霧乾燥比較例(並流法)>

比較例 3

ナフタレンスルホン酸 ホルマリン縮合物	0.5 重量部
クレ-	44.5 重量部

を水100 重量部に溶解させたスラリーを調製した。

スラリー調製比較例 1

3-(3,4-ジクロロフェニル) -1,1-ジメチルウレア	40 重量部
分散剤としてリグニン スルホン酸ナトリウム	0.5 重量部
クレ-	59.5 重量部

を水100 重量部にて混合分散させて均一なスラリーを調製した。

スラリー調製比較例 2

1,1'-ジメチル-4,4'- ジビリジウムジクロライド	30 重量部
芒硝	70 重量部

を水70 重量部に溶解させたスラリーを調製した。

<噴霧乾燥実施例/比較例(向流法)>

実施例 1

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、高さ16m、内径4.5 mの噴霧乾

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、噴霧圧力15kg/cm²、噴霧ノズル口径1.2mm、熱風入口温度220℃、排風温度100℃の条件にて並流噴霧乾燥を行った。

比較例 4

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、噴霧圧力100kg/cm²、噴霧ノズル口径3.0mm、熱風入口温度280℃、排風温度110℃の条件にて並流噴霧乾燥を行った。

比較例 5

調製例1～7及び調製比較例1～2で得られたスラリーを、噴霧圧力1kg/cm²、噴霧ノズル口径0.3mm、熱風入口温度100℃、排風温度50℃の条件にて並流噴霧乾燥を行った。

試験例 1 <水和性評価>

噴霧乾燥実施例又は比較例にて調製した粉末又は顆粒0.5 gを、3度硬水(20℃) 100 mlの入った300 mlの広口ビーカー中に、10cmの高さから静かに投入し、粉末又は顆粒が沈するまでの時間を測定した。

結果を表1～4に示す。

試験例2<崩壊性評価>

噴霧乾燥実施例又は比較例にて調製した粉末又は顆粒0.5gを3度硬水(20℃)100mlの入った250mlの有栓シリンダーに投入し静かに転倒し、分散又は溶解するまでの回数を測定し、以下に示す評価基準で評価した。

結果を表1～4に示す。

評価基準

- A: 投入直後に崩壊分散/溶解する
 B: 投入後5回以内の転倒により崩壊分散/溶解する
 C: 投入後10回以内の転倒により崩壊分散/溶解する
 D: 投入後10回以上の転倒により崩壊分散/溶解する

試験例3<粒度分布評価>

噴霧乾燥実施例又は比較例にて調製した粉末又は顆粒を自動粒度分析装置にかけ粒度を測定し、以下の評価基準で評価した。

結果を表1～4に示す。

評価基準

A: 150μm以上の粒度を70%以上有する顆粒

B: 150μm以上の粒度を69～50%有する顆粒

C: 150μm以上の粒度を49～30%有する顆粒

D: 150μm以上の粒度を29～10%有する顆粒

E: 150μm以上の粒度を9%以下有する顆粒

試験例4<飛散性評価>

噴霧乾燥実施例又は比較例に基づいて調製した粉末又は顆粒のドリフト指数を次の方法により測定した。

即ち、標準吐粉試験機を用い、噴霧乾燥実施例又は比較例に基づいて調製した粉末又は顆粒10gを1m³の箱内に下向きに散布し、5分間放置した後、散布管の上部40cmの位置に飛散浮遊する粒子を水75mlが入った吸引管(内径27cm、高さ20cm)に30L/minの速度で、1分間吸引して集め、波長610nmにおける透過率を測定し、「100-透過率」をドリフト指数とした。この値の小なるほどドリフト量は少ないことを示す。

結果を表1～4に示す。

表1: 試験結果(噴霧乾燥実施例(向流法))

噴霧乾燥	スラリー	試験例1 水和性(%)	試験例2 崩壊性(回数)	試験例3 粒度分布	試験例4 飛散性
実施例1	調製例1	5	A	A	5
	" 2	3	A	A	6
	" 3	5	A	A	5
	" 4	6	A	A	5
	" 5	2	A	A	10
	" 6	5	A	A	5
	" 7	3	A	A	7
	調製比較例1	140	D	D	35
	" 2	260	D	D	38
実施例2	調製例1	9	A	A	7
	" 2	10	A	A	8
	" 3	8	A	A	7
	" 4	10	A	A	9
	" 5	12	A	A	10
	" 6	10	A	A	10
	" 7	5	A	A	5
	調製比較例1	360	D	E	35
	" 2	240	D	E	39

表2: 試験結果(噴霧乾燥比較例(向流法))

噴霧乾燥	スラリー	試験例1 水和性(%)	試験例2 崩壊性(回数)	試験例3 粒度分布	試験例4 飛散性
比較例1	調製例1	12	B	D	22
	" 2	9	B	C	27
	" 3	10	B	C	31
	" 4	13	B	D	19
	" 5	7	B	D	24
	" 6	10	B	C	26
	" 7	9	B	C	30
	調製比較例1	140	D	D	78
	" 2	255	D	D	94
比較例2	調製例1	10	C	A*	0*
	" 2	12	C	A	0
	" 3	9	C	A	0
	" 4	12	C	A	0
	" 5	12	C	A	0
	" 6	12	C	A	0
	" 7	7	C	A	0
	調製比較例1	360	D	A	0
	" 2	245	D	A	0

注) *: 比較例2では全てのサンプルが未乾燥のペーストを中心にした1500μm以上の粗大粒子となり、良好な粉末が得られなかった。

特開昭63-22502(9)

表 3: 試験結果 (噴霧乾燥比較例 (並流法))

噴霧乾燥	スラリー	試験例1 水和性 (秒)	試験例2 凝集性 (回数)	試験例3 粒度分布	試験例4 飛散性
比較例3	調製例1	10	A	C	24
	" 2	8	A	C	26
	" 3	9	A	C	30
	" 4	7	A	C	30
	" 5	10	A	C	20
	" 6	10	A	C	18
	" 7	10	A	C	20
	調製比較例1	150	D	E	70
	" 2	290	D	E	64
比較例4	調製例1	15	A	D	26
	" 2	14	A	D	27
	" 3	10	A	D	32
	" 4	11	A	D	32
	" 5	10	A	D	25
	" 6	12	A	D	22
	" 7	15	A	D	24
	調製比較例1	380	D	E	58
	" 2	220	D	E	55

表 4: 試験結果 (噴霧乾燥比較例 (並流法))

噴霧乾燥	スラリー	試験例1 水和性 (秒)	試験例2 凝集性 (回数)	試験例3 粒度分布	試験例4 飛散性
比較例5	調製例1	16	C	D	30
	" 2	15	C	D	35
	" 3	11	C	D	32
	" 4	12	C	D	32
	" 5	15	C	D	30
	" 6	15	C	D	34
	" 7	20	C	D	30
	調製比較例1	380	D	E	60
	" 2	225	D	E	57